

## PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 03-041470

(43)Date of publication of application : 21.02.1991

(51)Int.Cl.

G03G 9/087

G03G 9/08

(21)Application number : 01-176863

(71)Applicant : NIPPON SYNTHETIC CHEM IND CO  
LTD:THE

MITSUBISHI GAS CHEM CO INC

(22)Date of filing : 07.07.1989

(72)Inventor : MATSUMURA AKIRA

ITO TOMIJI

TAKE MORIO

KANEHARA HIDENORI

## (54) TONER FOR ELECTROSTATIC IMAGE

## (57)Abstract:

PURPOSE: To form the toner which simultaneously satisfies offset resistance and fixability by specifying the ratio of acid value of a resin having a low acid value I and a resin having a high acid value II to a specific value or above and specifying  $II/[I+II]$  to the value of specific range.

CONSTITUTION: The ratio of the acid value II of the resin having the higher acid value to the acid value I of the resin having the lower acid value of the resins of the toner consisting of the satd. polyester resins used for developing images as a binder resin component is specified to  $\geq 1.5$ . The compsn. formed by mixing and using these resins at 100 to 200° C at the ratio at which the  $II/[I+II]$  attains 0.3 to 0.9 by weight and compounding of a multifunctional cyanate contg.  $\geq 2$  cyanate in the molecule or cyanate pre polymer and a hardening calalyst of glycidyl group-contg. acrylic resin therewith is used. The toner which simultaneously satisfies the offset resistance and fixability is produced in this way.

## LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

[Date of sending the examiner's decision of  
rejection][Kind of final disposal of application other than  
the examiner's decision of rejection or  
application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision  
of rejection][Date of requesting appeal against examiner's  
decision of rejection]

[Date of extinction of right]

Copyright (C); 1998,2003 Japan Patent Office

⑩ 日本国特許庁(JP)

⑪ 特許出願公開

⑫ 公開特許公報(A)

平3-41470

⑬ Int. Cl.<sup>5</sup>

識別記号

庁内整理番号

⑭ 公開 平成3年(1991)2月21日

G 03 G 9/087  
9/08

7144-2H G 03 G 9/08 3 3 1  
3 6 5

審査請求 未請求 請求項の数 3 (全8頁)

⑮ 発明の名称 静電画像用トナー

⑯ 特 願 平1-176863

⑰ 出 願 平1(1989)7月7日

⑱ 発 明 者 松 村 明 大阪府吹田市樫切山21 D-215  
⑱ 発 明 者 伊 藤 富 二 岐阜県大垣市静里町1252-6  
⑱ 発 明 者 岳 杜 夫 東京都葛飾区新宿6丁目1番1号 三菱瓦斯化学株式会社  
東京工場内  
⑱ 発 明 者 金 原 秀 憲 東京都葛飾区新宿6丁目1番1号 三菱瓦斯化学株式会社  
東京工場内  
⑲ 出 願 人 日本合成化学工業株式 大阪府大阪市北区野崎町9番6号  
会社  
⑲ 出 願 人 三菱瓦斯化学株式会社 東京都千代田区丸の内2丁目5番2号

明 細 書

1. 発明の名称

静電画像用トナー

2. 特許請求の範囲

1. (a)飽和ポリエステル樹脂、(b)分子中にシアナト基を2個以上含有する多官能性シアン酸エステル或は該シアン酸エステルプレポリマー及び(c)該樹脂の硬化触媒を配合してなる静電画像を現像するためのトナーにおいて、(a)として酸価の異なる2種の樹脂を使用し、酸価の低い方の樹脂〔Ⅰ〕の酸価に対する酸価の高い方の樹脂〔Ⅱ〕の酸価の比が1.5以上であり、かつ、 $\frac{[Ⅱ]}{[Ⅰ]+[Ⅱ]}$  が0.3~0.9(重量基準)となる割合で用いることを特徴とする静電画像用トナー。

2. (a)、(b)、(c)よりなる組成物が温度100~170℃で混合することにより製造されたものである請求項1記載の静電画像用トナー。

3. (a)の硬化触媒(c)が有機金属化合物である請求項1記載の静電画像用トナー。

3. 発明の詳細な説明

[産業上の利用分野]

本発明は、電子写真法、静電写真法、静電記録法等において形成する静電画像を現像するために使用するトナーに関するものである。

[従来の技術]

一般に静電画像は着色粉体であるトナーにより現像されてトナー像とされ、このトナー像がそのまま或は転写紙などに転写された上で定着される。

このトナーは、通常バインダー成分としての重合体、カーボンブラックその他の着色剤及び荷電制御剤等を主剤とする成分から構成される成分を溶融混合して調製される。

従来、バインダー成分としてスチレン系樹脂が主流であるが、近時、負の帯電性が大きくかつ低温定着性に優れた高速度写用に適性を有する飽和ポリエステル樹脂が注目され、多数の研究が行われている。

〔発明が解決しようとする課題〕

本発明等もポリエステル系樹脂を用いたトナーについて検討を重ねたところ、オフセット現象の発生、即ち、トナー成分の一部が通常用いる定着用熱ローラーに転写してその後供給されてくる転写用紙の表面を汚したり、更に熱ローラーに押圧されている圧接ローラーに移転して転写用紙の裏面を汚したりするという問題があることを見出した。

本来定着性とオフセット防止性は相反する要求物性であるが、低温定着性を保ちつつ、オフセット現象の発生を防止することはポリエステル系樹脂トナーの実用化に当たっては是非共解決しなければならない課題である。

このため、ポリエステル系樹脂を使用したトナーにおいては、原料ポリエステル樹脂のモノマーとしてトリメリット酸等の3官能以上の成分を使用して、部分架橋した巨大分子化したものを使用する方法があるが、モノマーとしてトリメリット酸等の3官能以上の成分を使用した場合には、温度の低下以外に重合反応を停止して所望の分子重、架橋度を有するものとする有効な方法がないという欠点があり、優れた性質を有するにもかかわらず

ポリエステル系樹脂を使用したトナーの普及を困難としていた。

かかる対策として本出願人は先に、(a)飽和ポリエステル樹脂、(b)分子中にシアナト基を2個以上含有する多官能性シアン酸エステル或は該シアン酸エステルプレポリマー及び(c)該樹脂の硬化触媒を配合してなるトナー組成物を提案した。

しかし、本発明者等は、該トナー組成物の性質について更に研究を続けたところ、トナー組成物の定着温度巾を拡大すれば、より実用性の高い製品が得られるとの認識を得た。

〔課題を解決するための手段〕

本発明者らはかかる課題を解決するため鋭意検討を重ねた結果、酸価の異なる2種の飽和ポリエステル樹脂を特定量用いることにより目的とする静電画像用トナーが得られることを見出し、本発明を完成させた。

即ち、本発明は静電画像を現像するために使用する飽和ポリエステル樹脂をバインダー樹脂成分とするトナーにおいて、該飽和ポリエステル樹脂として、酸価の低い方の樹脂〔Ⅰ〕の酸価に対する酸価の高い方の樹脂〔Ⅱ〕の酸価の比(以下単に酸価比と呼ぶ)を1.5以上とし、

かつ  $\frac{〔Ⅱ〕}{〔Ⅰ〕 + 〔Ⅱ〕}$  が重量基準で0.3~0.9となる割合で使用し、これに(b)分子中にシアナト基を2個以上含有する多官能性シアン酸エステルプレポリマー及び(c)、(a)の硬化触媒を配合してなるポリエステル樹脂組成物を用いることを特徴とする静電画像用トナーである。

以下、本発明の構成について説明する。

本発明の飽和ポリエステル樹脂とは任意の酸成分、多価アルコール成分を縮合して得られる。酸成分としては、テレフタル酸、イソフタル酸、オルトフタル酸、マロン酸、ジメチルマロン酸、琥珀酸、グルタル酸、アジピン酸、トリメチルアジピン酸、ピメリン酸、2,2-ジメチルグルタル酸、アゼライン酸、セバシン酸、1,3-シクロペンタンジカルボン酸、1,2-シクロヘキサジカルボン酸、1,3-シクロヘキサジカルボン酸、1,4-シクロヘキサジカルボン酸、2,5-ノルボルナンジカルボン酸、1,4-ナフタル酸、ジフェニン酸、4,4'-オキシ安息香酸、ジグリコール酸、チオジプロピオン酸、2,5-ナフタリンジカルボン酸、

2,6-ナフタリンジカルボン酸、安息香酸、或はロジン、水添ロジン、不均化ロジンなどのロジン誘導体などが挙げられる。

これらは酸無水物、エステル、クロライドなどであっても良く、例えば1,4-シクロヘキサジカルボン酸ジメチル、2,6-ナフタリンジカルボン酸ジメチル、イソフタル酸ジメチル、テレフタル酸ジメチル、及びテレフタル酸ジフェニルを含む。

以上の他に少量ならば(無水)マレイン酸、フマル酸等の不飽和カルボン酸や3価以上の多価カルボン酸、例えばトリメリット酸、無水トリメリット酸、ピロメリット酸、無水ピロメリット酸、4-メチルシクロヘキセン-1,2,3-トリカルボン酸無水物、トリメシン酸も使用可能である。

又、多価アルコールとしてはエチレングリコール、ジエチレングリコール、プロピレングリコール、1,3-プロパンジオール、2,4-ジメチル-2-エチルヘキサン-1,3-ジオール、2,2-ジメチル-1,3-プロパンジオール(ネオペンチルグリコール)、2-エチル-2-イソブチル-1,3-プロパンジオール、1,3-

－ブタンジオール、1,4－ブタンジオール、1,5－ペンタンジオール、1,6－ヘキサンジオール、3－メチル－1,5－ペンタンジオール、2,2,4－トリメチル－1,6－ヘキサンジオール、1,2－シクロヘキサジメタノール、1,3－シクロヘキサジメタノール、1,4－シクロヘキサジメタノール、2,2,4,4－テトラメチル－1,3－シクロブタンジオール、4,4’－チオジフェノール、4,4’－(2－キルボルニリデン)ジフェノール、4,4’－ジヒドロキシビフェノール、o-, m-及びp-ジヒドロキシベンゼン、4,4’－イソプロピリデンフェノール、4,4’－イソプロピリデンビス(2,6－ジクロロフェノール)、2,5－ナフタレンジオール、及びp-キシレンジオールが挙げられる。

以上の他に少量ならば三価以上の多価アルコール、例えばペンタエリスリトール、ジペンタエリスリトール、トリペンタエリスリトール、グリセリン、トリメチロールプロパン、トリメチロールエタン、1,3,6－ヘキサントリオールなども使用可能である。又、分子中に水酸基とカルボキシル基とを含有する化合物、例えばテレフタル酸とエチレングリコールの低分子量縮合物も使用可

能である。

上記酸成分、多価アルコール成分の他に通常公知の方法によってスルホン酸塩基を導入することもできる。かかる際に用いられる縮合成分としては5－ソジオスルホイソフタル酸、5－カリウムスルホイソフタル酸が代表的であるが、これらに限定されるものではない。

上記酸成分並びに多価アルコール成分を縮合させてポリエステル樹脂を製造する特別な操作は必要なく、従来公知の任意の方法で良いが、代表的な例を挙げると酸成分に対し1.0～1.5倍モルの多価アルコール成分を触媒とともに反応器に仕込み、140～260℃に昇温して脱水縮合を行う。かかる際に用いる触媒としては酢酸亜鉛、塩化亜鉛、ラウリル第1錫、ブチル錫オキサイド、オクチル錫オキサイド等が使用され、これらは通常ジカルボン酸に対し、0.05～0.15重量%仕込まれる。

溶媒は特に必要としないが、所望により酢酸メチル、ベンゼン、アセトン、キシレン、トルエン等の不活性溶媒を使用しても良い。

該ポリエステル樹脂のガラス転移温度は30～75℃、好ましくは45～70℃が好ましい。又、数平均分子量

-7-

-8-

が3,000～8,000で重量平均分子量が $1.0 \times 10^4$ 以上、好ましくは $5.0 \times 10^4 \sim 50 \times 10^4$ が好適である。

〔I〕と〔II〕の樹脂の酸価はその製造時に適宜調整すれば良いが、通常、酸価は〔I〕が15 KOH/g未満、好ましくは0.1～1.0 KOH/gに、〔II〕が15 KOH/g以上、好ましくは15～40 KOH/gにコントロールされる。2種の樹脂の酸価比は1.5以上、好ましくは2以上でなければならない。この比が1.5以下では定着温度中が狭く実用性が乏しい。

又、〔I〕と〔II〕は、 $\frac{〔II〕}{〔I〕 + 〔II〕}$  が重量基準で0.3～0.9、好ましくは0.4～0.7の割合で混合されることも必要であり、かかる範囲外では本願の効果は得難い。

上記ポリエステル樹脂に配合する本発明の(b)成分である分子中にシアナト基(—OCN)を2個以上含有する多官能性シアン酸エステル或は該シアン酸エステルプレポリマーとして好適なものは、

一般式(I):  $R(OCN)_n \dots (I)$

(式中のnは2以上、通常5以下の整数であり、Rは複素環を含んでもよい芳香族の有機基であって、上記シアナト基は該有機基の芳香環に結合しているもの)で表される化合物である。具体的に例示すれば1,3-又は1,4-ジシアナトベンゼン、1,3,5-トリシアナトベンゼン、1,3-, 1,4-, 1,6-, 1,8-, 2,6-又は2,7-ジシアナトナフタレン、1,3,6-トリシアナトナフタレン、4,4'-ジシアナトビフェニル、ビス(4-ジシアナトフェニル)メタン、ビス(3,5-ジメチル-4-ジシアナトフェニル)メタン、2,2-ビス(4-シアナトフェニル)プロパン、2,2-ビス(3,5-ジクロロ-4-シアナトフェニル)プロパン、2,2-ビス(3,5-ジプロモ-4-シアナトフェニル)プロパン、2,2-ビス(3,5-ジメチル-4-シアナトフェニル)プロパン、ビス(4-シアナトフェニル)エーテル、ビス(4-シアナトフェニル)チオエーテル、ビス(4-シアナトフェニル)スルホン、トリス(4-シアナトフェニル)ホスファイト、トリス(4-シアナトフェニル)ホスフェート、ノボラックとハロゲン化シアンの反応により得られる多官能性のノボラック

-9-

-10-

クシアネート (USP-4P022P755; 3,448,079)、末端-OH基含有のポリカーボネートオリゴマーとハロゲン化シアンとの反応により得られる多官能性のポリカーボネートシアネート (USP-4,026,913; DE-2,611,796)、及びヒドロキシベンザルアルデヒド類とアルキル置換ピリジン類とを反応させてなるポリ-ヒドロキシーステリル-ピリジンなどとハロゲン化シアンとを反応させて得られるステリル-ピリジン-シアネートなど (USP-4,578,439) などである。これらのほかに USP-3,553,244; 3,755,402; 3,740,348; 3,595,900; 3,694,410; 4,116,946; BP-1,305,987; 1,060,933; DE-1,190,184; 1,195,764 などに記載のシアン酸エステルも用いる。

又、上述した多官能性シアン酸エステルを鉍酸、ルイス酸、炭酸ナトリウム或は塩化リチウム等の塩類、トリブチルホスフィン等のリン酸エステル類などの存在下に重合させて得られるプレポリマーとして、更に多官能性アミン類とのプレポリマーとしても用いることができる。

本発明において上記(b)成分の配合量は、飽和ポリエステル樹脂100重量部に対して0.5~10重量部、好ましくは1.0~5重量部、特に1.0~2.5重量部

である。配合量が0.5重量部未満では本発明の効果が得難く、一方10重量部を超えて配合すると流動開始温度が高くなる等の過剰の架橋反応が起こるので好ましくない。

又、本発明の(c)成分の触媒とは、通常、(a)成分の硬化を促進する目的として公知である触媒が使用できるものである。

このような化合物としては、過酸化ベンゾイル、ラウロイルパーオキシド、カプリルパーオキシド、アセチルパーオキシド、パラクロロベンゾイルパーオキシド、ジ-tert-ブチル-ジ-パーフタレート等で例示される有機過酸化物；アゾビスニトリル等のアゾ化合物；2-メチルイミダゾール、2-ウンデシルイミダゾール、2-ヘプタデシルイミダゾール、2-フェニルイミダゾール、2-エチル-4-メチルイミダゾール、1-ベンジル-2-メチルイミダゾール、1-プロピル-2-メチルイミダゾール、1-シアノエチル-2-メチルイミダゾール、1-シアノエチル-2-エチルイミダゾール、1-シアノエチル-2-ウンデシルイミダゾール、1-シアノエチル-2-フェニルイミダゾール、1-シ

-11-

アノエチル-2-エチル-4-メチルイミダゾール、1-グアナミノエチル-2-メチルイミダゾールで例示されるイミダゾール類、更には、これらのイミダゾール類へのカルボン酸もしくはその無水物類の付加体など；N,N-ジメチルベンジルアミン、N,N-ジメチルアニリン、N,N-ジメチルトリイジン、N,N-ジメチル-p-アニシジン、p-ハロゲン-N,N-ジメチルアニリン、2-N-エチルアニリノエタノール、トリ-n-ブチルアミン、ピリジン、キノリン、N-メチルモルホリン、トリエタノールアミン、トリエチレンジアミン、N,N,N',N'-テトラメチルブタンジアミン、N-メチルピペリジンなどの第3級アミン類；フェノール、キシレノール、クレゾール、レゾルシン、カテコール、フロログリシンなどのフェノール類；ナフテン酸鉛、ステアリン酸鉛、ナフテン酸亜鉛、オクチル酸亜鉛、オレイン酸銅、ラウリル第一銅、ジブチル銅マレート、ナフテン酸マンガン、ナフテン酸コバルト、アセチルアセトン鉄などの有機金属塩；これら有機金属塩をフェノール、ビスフェノール、などの水酸基含有化合物に溶解してなるもの；SnCl<sub>4</sub>、ZnCl<sub>2</sub>、AlCl<sub>3</sub>などの無機金属塩；ジ

ブチル銅オキシド、ジオクチル銅オキシド、その他のアルキル銅、アルキル銅オキシドなどの有機銅化合物；無水マレイン酸、無水フタル酸、無水ラウリル酸、無水ピロメリット酸、無水トリメリット酸、ヘキサヒドロ無水フタル酸、ヘキサヒドロ無水トリメリット酸、ヘキサヒドロ無水ピロメリット酸などの酸無水物等が挙げられる。これら触媒の中で有機金属塩やジブチル銅オキシド、ジオクチル銅オキシド、その他のアルキル銅、アルキル銅オキシドなどの有機銅化合物が特に好適である。

又、触媒の使用量は一般的な意味での触媒量の範囲で充分であり、例えば(a)成分に対して10wt%以下、通常、数%程度の量で使用される。

本発明のトナーを調製するにあたっては、上記の飽和ポリエステル樹脂組成物、着色剤、必要に応じて荷電制御剤等を溶融混合すること；飽和ポリエステル樹脂組成物に代えて、飽和ポリエステル樹脂、(b)成分、(c)成分を着色剤、必要に応じて荷電制御剤等を溶融混合すること；飽和ポリエステル樹脂に(b)成分と(c)成分とを多量に配合した所謂マスターバッチを製造し、これと飽

-12-

-13-

-14-

和ポリエステル樹脂、着色剤、必要に応じて荷電制御剤等を熔融混合することなどによる。また、配合には、押出機、加圧型ニーダー、2本ロール等の機器を用い、熔融温度120～180℃、熔融時間30秒～5分程度で実施するのが好ましい。

ここに着色剤としてはカーボンブラック、ニグロシン染料、アニリンブルー、カルコオイルブルー、クロムイエロー、ウルトラマリブルー、デュボンオイルレッド、キノリンイエロー、メチレンブルークロライド、フタロシアニンブルー、マラカイトグリーンオキサレート、ランプブラック、コースベンガラなどが挙げられる。

本発明のトナー調製時には更に必要であれば、本発明の主要成分である飽和ポリエステル樹脂以外のバインダー用樹脂類やポリオレフィンワックスその他のワックス類などの公知の助剤を添加できる。

尚、トナーの調製にあたって、フタロシアニンブルーなどの金属が配位した化合物を使用する場合には(b)成分とこれら着色剤とが反応して脱色反応等がおこる場合があるので、(b)成分は予め飽和ポリエステル樹脂と配合された組成物やマスターバッチなどの方法を用いるこ

とが好ましい。

#### 〔作 用〕

本発明は酸価の異なる飽和ポリエステル樹脂を用いることによって、定着温度巾が拡大したトナーを提供する。

#### 〔実施例〕

以下、実施例等により本発明を説明する。尚、実施例等中の部、％は特に断らない限り重量基準である。

#### ポリエステル樹脂の製造

##### 〔I〕-1

テレフタル酸 0.5モル、イソフタル酸 0.5モル、エチレングリコール 0.9モル、ジエチレングリコール 0.2モル、ジブチル錫オキシサイド 0.0003モルを窒素雰囲気下で160℃～220℃で4時間反応させた後、窒素の供給を止めた。続いて500mmHgの減圧下で酸価が5KOHg/gになるまで反応した。

得られたポリエステル樹脂は100℃における熔融粘度が $6 \times 10^{-3}$ ポイズ(島津製作所フローテスターCPT-500で測定、測定条件：オリフィス径1mm、オリフィス長10mm、荷重30kg、以下同様)ガラス転移温度59℃(パーキンエルマー社製DSC7型で測定、

-15-

以下同様)であった。

##### 〔I〕-2

テレフタル酸 0.7モル、イソフタル酸 0.3モル、エチレングリコール 0.6モル、ネオペンチルグリコール 0.4モル、トリエチレングリコール 0.1モル、ジブチル錫オキシサイド 0.0003モルを窒素雰囲気下で160℃～220℃で4時間反応させた後、窒素の供給を止め、500mmHgの減圧下で酸価が7KOHg/gになるまで反応した。

得られたポリエステル樹脂は100℃における熔融粘度が $4 \times 10^{-3}$ ポイズ、ガラス転移温度58℃であった。

##### 〔I〕-3

〔I〕-2の反応において酸価が13KOHg/gになった時点で反応をやめ、ポリエステル樹脂を得た。

##### 〔II〕-1

テレフタル酸 0.8モル、イソフタル酸 0.2モル、エチレングリコール 0.4モル、ビスフェノールAプロピレンオキシサイド付加物 0.6モル、グリセリン 0.03モル及びジブチル錫オキシサイド 0.0003モルを充填塔付きの1ℓ容量の四ツ口フラスコに仕込み、窒素雰

囲気下で180℃に下げ、無水フタル酸を0.05モル追加仕込みした後、更に180℃で30分間反応を行った。

窒素の供給を止めジブチル錫オキシサイドを0.0015モルを加え500mmHgの減圧下で30分間攪拌を続け反応を終了した。

得られたポリエステル樹脂は酸価25KOHg/g、100℃における熔融粘度が $2 \times 10^{-3}$ ポイズ、ガラス転移温度62℃であった。

##### 〔II〕-2

〔II〕-1と同じフラスコにテレフタル酸 0.7モル、イソフタル酸 0.3モル、エチレングリコール 0.2モル、不均化ロジンモノグリセライド 0.2モル、ビスフェノールAエチレンオキシサイド付加物 0.6モル、トリメチロールプロパン 0.02モル及びジブチル錫オキシサイド 0.0003モルを仕込み、窒素雰囲気下で240℃にて攪拌下に反応を行った。流出水が止まった時点で温度を180℃に下げ、無水フタル酸を0.07モル追加仕込みした後、更に180℃で30分間反応を継続した。

ついで、窒素の供給を止めジブチル錫ジラウレート

-17-

-18-

0.0015モルを加え500mmHgの減圧下で30分間攪拌を続け反応を終了した。

得られたポリエステル樹脂は、酸価32KOH/g、100℃における熔融粘度が $3 \times 10^{-4}$ ポイズ、ガラス転移温度60℃であった。

#### [II]-3

[I]-2の反応において酸価が16KOH/gになった時点で反応をやめ、ポリエステル樹脂を得た。

#### 実施例1~4、対照例1~5

上記ポリエステル樹脂に硬化触媒としてジブチル錫ジラウレート(0.1%添加し、これの88部、カーボンブラック#44(三菱化成(株)製)9部、ボントロンS-34(オリエント化学工業(株)製)1部、ビスコール550P(三洋化成工業(株)製)2部及び2,2-ビス(4-シアナトフェニル)プロパン2部を粉末混合し、二軸押出機PCM-30(池貝鉄鋼社製)を用いて、第1シリンダー60℃、第2,3シリンダー及びシリンダーヘッド140℃、シャフト回転数100r.p.m.、供給速度200g/分で混練押出した。

得られた押出物を1mmの篩を通過する程度に粉碎した

後、ジェットミル(日本ニューマチック社製)で微粉砕し、気流型分級機で分級を行ってトナーを得た。

#### 画像テスト

トナー5部と鉄粉TEFV 150/250(日本鉄粉社製)95部との混合物を用いて電子写真複写機DC-162(三田工業社製)にて普通紙に画像を転写させ、未定着の状態で取り出してテフロンコートした熱ロールとゴムライニングしたバックアップアップロールとの間を275mm/秒の速度で通過させた画像を定着させた。

熱ロールの温度を150~240℃まで変化させ、熱ロールへのトナーの付着がない場合をオフセット性良(◎)、顕著な場合を不良(x)とし、又、画像の常態濃度をメンディングテープNO.810(住友スリーエム社製)を用いて、更に濃度保持率をマクベス濃度計(マクベス社製)を用いて測定し85%以上を示し十分に定着が行われていた場合を定着性を良(◎)、不十分な場合を不良(x)とした。

これらの結果を表に示す。

#### 実施例5~7

2,2-ビス(4-シアナトフェニル)プロパンに代えて1,3,5-トリシアナトベンゼンを用いた以外は実施例1と同様な実験を行った。

この結果も表に示す。

	ト ナ			シアン酸エステル	オ フ セ ッ ト 性										定 着 性				
	飽和ポリエステル樹脂				イ フ セ ッ ト 性										定 着 性				
	種 類	酸 価 比	[□]/([□]+[□])		150℃	160℃	180℃	200℃	220℃	240℃	150℃	160℃	180℃	200℃	220℃	240℃			
実 施 例	1	[1]-1 [□]-1	5	0.5	◎	◎	◎	◎	◎	◎	◎	◎	◎	○	○	◎	◎	◎	
	2	[1]-1 [□]-2	6.4	0.4	◎	◎	◎	◎	◎	◎	◎	◎	◎	◎	◎	◎	◎	◎	
	3	[1]-2 [□]-2	4.6	0.5	◎	◎	◎	◎	◎	◎	◎	◎	◎	◎	○	○	◎	◎	
	4	[1]-2 [□]-1	3.6	0.6	◎	◎	◎	◎	◎	◎	◎	◎	◎	◎	◎	◎	◎	◎	
例	5	[1]-1 [□]-2	2.3	0.8	◎	◎	◎	◎	◎	◎	◎	◎	◎	◎	○	○	◎	◎	
	6	[1]-1 [□]-2	6.4	0.5	◎	◎	◎	◎	◎	◎	◎	◎	◎	◎	◎	◎	◎	◎	
対 照 例	7	[1]-1 [□]-2	11.4	0.4	◎	◎	◎	◎	◎	◎	◎	◎	◎	◎	◎	◎	◎	◎	
	1	[1]-1	—	—	×	×	×	×	×	×	×	×	×	×	◎	◎	◎	◎	
	2	[□]-1	—	—	×	△	○	◎	◎	◎	◎	◎	◎	×	×	△	○	◎	
	3	[1]-3 [□]-3	1.2	0.5	×	△	○	◎	◎	◎	◎	◎	◎	×	×	△	○	◎	
	4	[1]-1 [□]-1	5	0.1	△	△	×	×	×	×	×	×	×	◎	◎	◎	◎	◎	
例	5	[1]-1 [□]-1	5	0.95	×	△	○	◎	◎	◎	◎	◎	×	×	△	△	○	◎	



〔効 果〕

本発明では耐オフセット性と定着性を同時に満足させるトナーを製造し得ると共に、該トナーは定着温度巾も拡大され実用性の高い製品となる。

特許出願人 日本合成化学工業株式会社  
三菱瓦斯化学株式会社